

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

JPAB

CLIPPEDIMAGE= JP408157265A

PAT-NO: JP408157265A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 08157265 A

TITLE: ALUMINUM NITRIDE SINTERED COMPACT, LAMINATED SUBSTRATE
AND ITS

PRODUCTION

PUBN-DATE: June 18, 1996

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

MONMA, JUN

NAKAYAMA, NORIO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

TOSHIBA CORP

N/A

APPL-NO: JP06329265

APPL-DATE: December 5, 1994

INT-CL(IPC): C04B035/581; H05K001/03

ABSTRACT:

PURPOSE: To produce an AlN sintered compact excellent especially
in surface
smoothness at a low cost and to obtain a laminated substrate.

CONSTITUTION: At least one face of this AlN sintered compact has
luster and the
lustrous face is made of a c-axis oriented AlN polycrystal. When
the lustrous
face is analyzed by X-ray diffraction, the peak intensity of
diffracted X-rays
from the (002) faces of the AlN polycrystal is ≥ 2 -fold that
from the (100)
faces. The surface roughness R_{max} of the lustrous face is
 $\leq 10 \mu m$.

COPYRIGHT: (C)1996, JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-157265

(43) 公開日 平成8年(1996)6月18日

(51) Int. Cl.⁶

C 0 4 B 35/581

H 0 5 K 1/03

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

6 1 0 E 7511-4E

C 0 4 B 35/ 58

1 0 4 B

1 0 4 F

1 0 4 V

審査請求 未請求 請求項の数11 F D (全 10 頁)

(21) 出願番号

特願平6-329265

(22) 出願日

平成6年(1994)12月5日

(71) 出願人 000003078

株式会社東芝

神奈川県川崎市幸区堀川町72番地

(72) 発明者 門馬 旬

神奈川県横浜市鶴見区末広町2の4 株式
会社東芝京浜事業所内

(72) 発明者 中山 憲隆

神奈川県横浜市鶴見区末広町2の4 株式
会社東芝京浜事業所内

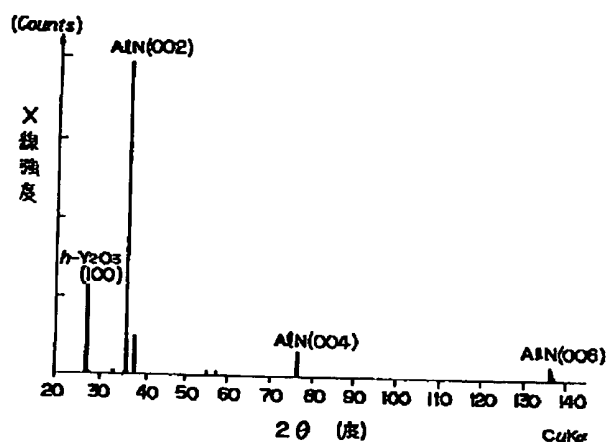
(74) 代理人 弁理士 波多野 久 (外1名)

(54) 【発明の名称】 窒化アルミニウム焼結体、複合基板およびその製造方法

(57) 【要約】

【目的】特に表面平滑性に優れ、安価に製造することが可能な窒化アルミニウム焼結体、複合基板およびその製造方法を提供する。

【構成】焼結体の少なくとも1つの表面が光沢を有し、光沢を有する焼結体の表面がC軸に配向した窒化アルミニウム多結晶から成り、光沢を有する表面をX線回析分析を行った場合に、窒化アルミニウム多結晶の(002)面からの回析X線強度のピーク値が、(100)面からの回析X線強度のピーク値の2倍以上であることを特徴とする。この窒化アルミニウム焼結体の光沢を有する表面の粗さはR_{max}で10μm以下である。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 焼結体の少くとも1つの表面が光沢を有し、光沢を有する焼結体の表面がC軸に配向した窒化アルミニウム多結晶体から成り、光沢を有する表面をX線回析分析を行った場合に、窒化アルミニウム多結晶体の(002)面からの回析X線強度のピーク値が、(100)面からの回析X線強度のピーク値の2倍以上であることを特徴とする窒化アルミニウム焼結体。

【請求項2】 焼結体の光沢を有する表面の粗さが R_{max} で $10\mu m$ 以下であることを特徴とする請求項1記載の窒化アルミニウム焼結体。

【請求項3】 窒化アルミニウム原料粉末に、水酸化アルミニウム粉末と、焼結助剤としてのIIa族元素およびIIIa族元素から選択される少くとも1種の化合物とを配合し、得られた原料混合体を成形し、得られた成形体を窒素雰囲気中において温度 $1500\sim 1950^{\circ}C$ で焼成することを特徴とする窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

【請求項4】 窒化アルミニウム原料粉末に対する水酸化アルミニウム粉末の配合量を $5\sim 70$ 重量%に設定することを特徴とする請求項3記載の窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

【請求項5】 窒化アルミニウム原料粉末と水酸化アルミニウム粉末との混合体 100 重量部に対して焼結助剤を $5\sim 30$ 重量部配合することを特徴とする請求項3記載の窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

【請求項6】 焼結体の少くとも1つの表面が光沢を有し、光沢を有する焼結体の表面がC軸に配向した窒化アルミニウム多結晶体から成り、光沢を有する表面をX線回析分析を行った場合に、窒化アルミニウム多結晶体の(002)面からの回析X線強度のピーク値が、(100)面からの回析X線強度のピーク値の2倍以上である窒化アルミニウム焼結体と、窒化ほう素基板とを直接接合したことを特徴とする複合基板。

【請求項7】 窒化アルミニウム焼結体の光沢を有する表面の粗さが R_{max} で $10\mu m$ 以下であることを特徴とする請求項6記載の複合基板。

【請求項8】 窒化ほう素基板の表面粗さが R_{max} で $10\mu m$ 以下であることを特徴とする請求項6記載の複合基板。

【請求項9】 窒化アルミニウム原料粉末に、水酸化アルミニウム粉末と、焼結助剤としてのIIa族元素およびIIIa族元素から選択される少くとも1種の化合物とを配合し、得られた原料混合体を成形し、得られた成形体と窒化ほう素基板とを積層して積層体を形成し、得られた積層体を窒素雰囲気中において温度 $1500\sim 1950^{\circ}C$ で焼成することを特徴とする複合基板の製造方法。

【請求項10】 窒化アルミニウム原料粉末に対する水酸化アルミニウム粉末の配合量を $5\sim 70$ 重量%に設定することを特徴とする請求項9記載の複合基板の製造方

法。

【請求項11】 窒化アルミニウム原料粉末と水酸化アルミニウム粉末との混合体 100 重量部に対して焼結助剤を $5\sim 30$ 重量部配合することを特徴とする請求項9記載の複合基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は窒化アルミニウム焼結体、複合基板およびその製造方法に係り、特に表面平滑性に優れ、安価に製造することが可能な窒化アルミニウム焼結体、複合基板およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、半導体産業の急速な技術革新により、IC、LSIをはじめとする大規模集積回路では、高集積化および高出力化が進展し、これに伴う半導体素子の単位面積当りの発熱量が大幅に増加する傾向がある。特にパワーICや高周波トランジスタ等の大電流を必要とする半導体素子においては、通電動作による発熱のため、半導体素子の正常な動作が阻害される問題が生じている。そのため半導体素子を搭載するセラミックス基板として、熱伝導性が良好な絶縁性基板材料が要求されている。

【0003】従来、上記の絶縁性基板材料としては一般にアルミナ(Al_2O_3)焼結体が最も広く使用されていた。しかしながらアルミナ焼結体の熱伝導率は $20\sim 25w/(m\cdot k)$ と低く、半導体素子の高出力化、高集積化に伴う発熱量の増加に十分に対応できず、熱放散性が低い欠点があった。

【0004】一方、上記アルミナ焼結体の欠点を解消するセラミックス焼結体として、熱伝導率が高く、半導体素子と近似した熱膨張係数を有し、強度および絶縁性にも優れた窒化アルミニウム(AlN)焼結体が注目を集めている。窒化アルミニウム焼結体は、熱伝導率が高く放熱性に優れているため、放熱性と絶縁性とを必要とする高放熱性基板材料として普及している。

【0005】従来、上記窒化アルミニウム焼結体は、高純度の窒化アルミニウム原料粉末に焼結助剤を配合した原料混合体を成形焼成して形成される。ところが窒化アルミニウムは難焼結性材料であるため、緻密な焼結体を得ることが困難である。そこで焼結を促進する焼結助剤を添加し、常圧焼結法やホットプレス法を使用して、緻密な窒化アルミニウム焼結体を製造する方法が一般に採用されている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、窒化アルミニウムは窒化物であるため、アルミナなどの酸化物と比較して原料粉末の価格が高い難点があり、その原料粉末を焼結して得られる AlN 焼結体の原価も必然的に高くなり、その普及速度が遅くなる一要因となっていた。

【0007】また焼結性を有するため、高温度で液相を介して焼結を進行させる必要がある。そのために、焼結後においてA1N焼結体の表面に液相の染み出しや粒子の成長が部分的に発生し易く、表面粗さが大きくなる問題点があった。そして表面粗さが大きい焼結体表面に薄膜を形成したり、メタライズ層を形成して回路基板を製造しようとする、薄膜やメタライズ層の形成が困難になり、また一旦、接合されても剥離を生じ易い等の問題が発生していた。

【0008】また焼結体表面に放熱フィン等のヒートシンク（冷却部品）を接合して放熱特性の改善を図ることが、一般に実施されているが、焼結後の表面粗さが大きいと、放熱部品と焼結体との密着性が悪化し、接触抵抗が高くなるため、放熱特性が低下する問題点があった。

【0009】従って上記粗い表面を解消し、表面の平滑性を得るためには、別途にA1N焼結体の表面を研磨する工程が必須となり、製造工数の増大に伴うコスト上昇が不可避となる問題点があった。

【0010】本発明は上記問題点を解決するためになされたものであり、特に表面平滑性に優れ、安価に製造することが可能な窒化アルミニウム焼結体、複合基板およびその製造方法を提供することを目的とする。

【0011】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため、本発明者らは、高純度の窒化アルミニウム原料粉末に代替できる種々の安価な原料を用いてA1N焼結体を形成し、その表面性状や結晶配列構造の差異を比較研究した。その結果、特に安価な水酸化アルミニウム（A1(OH)₃）粉末を窒化アルミニウム原料粉末中に所定量配合し、焼結すると、水酸化アルミニウム粉末が窒化アルミニウムに変換されると同時に、C軸方向に配向したA1N多結晶体が形成され、光沢を発するような平滑性を有する表面がA1N焼結体に形成されることが判明した。

【0012】また上記水酸化アルミニウム粉末を配合した窒化アルミニウム粉末で成形体を形成し、このA1N成形体と窒化ほう素（BN）基板とを重ねて積層体とし、この積層体を窒素雰囲気中で温度1500～1950℃の範囲で焼成したときに、表面平滑性が優れ、BN基板とA1N焼結体とが強固に直接接合した高強度の複合基板が得られるという知見を得た。本発明は上記知見に基づいて完成されたものである。

【0013】すなわち本発明に係る窒化アルミニウム焼結体は、焼結体の少くとも1つの表面が光沢を有し、光沢を有する焼結体の表面がC軸に配向した窒化アルミニウム多結晶体から成り、光沢を有する表面をX線回析分析を行った場合に、窒化アルミニウム多結晶体の（002）面からの回析X線強度のピーク値が、（100）面からの回析X線強度のピーク値の2倍以上であることを特徴とする。

【0014】ここで上記窒化アルミニウム多結晶体の（002）面からの回析X線強度のピーク値が（100）面からの回析X線強度のピーク値の2倍未満である場合には、C軸方向への配向度が不十分であり、光沢を有し、平滑性が優れた窒化アルミニウム焼結体を得ることが困難となる。

【0015】また本発明に係る窒化アルミニウム焼結体の製造方法は、窒化アルミニウム原料粉末に、水酸化アルミニウム粉末と、焼結助剤としてのIIa族元素およびIIIa族元素から選択される少くとも1種の化合物とを配合し、得られた原料混合体を成形し、得られた成形体を窒素雰囲気中において温度1500～1950℃で焼成することを特徴とする。ここで上記製造方法において、窒化アルミニウム原料粉末に対する水酸化アルミニウム粉末の配合量は5～70重量%に設定するとよい。また、窒化アルミニウム原料粉末と水酸化アルミニウム粉末との混合体100重量部に対して焼結助剤を5～30重量部配合するとよい。さらに好ましくは10～30重量部配合するとよい。

【0016】水酸化アルミニウム粉末は、窒素雰囲気中にて1500℃以上の高温度で焼成されると、雰囲気中の窒素ガスと反応して窒化アルミニウムを形成する。現時点において、水酸化アルミニウム粉末の価格は、窒化アルミニウム粉末と比較して1/5程度と安価である。そのため、A1N原料粉末中に水酸化アルミニウム粉末を配合し、原料粉末中に占めるA1N原料粉末の絶対量を低減することにより、A1N焼結体の原料価格を大幅に節減することが可能となる。

【0017】なお、焼結助剤を添加せず、ゲル状態の水酸化アルミニウムをそのまま高温度に加熱することにより、窒化アルミニウム焼結体が形成されることが報告されている。しかしながら、ゲル状態の水酸化アルミニウムは、一般的に成形が困難であり、取扱いも煩雑な難点がある。しかもゲル状態の水酸化アルミニウムは該して高価であり、窒化アルミニウム焼結体の製造コストを低減する効果は少ない。

【0018】そのため本願では安価な水酸化アルミニウム粉末を、窒化アルミニウム原料粉末に配合したことを大きな特徴としている。窒化アルミニウム原料粉末に対する水酸化アルミニウム粉末の配合量は5～70重量%の範囲に設定される。

【0019】上記配合量が5%未満の場合には、原料価格の低減効果が少ない一方、配合量が70重量%を超えると、焼結体の熱伝導率が30w/(m・k)以下と小さくなり、A1N焼結体本来の高放熱特性が阻害される。従って水酸化アルミニウムの配合量は上記範囲に設定されるが、10～30重量%の範囲がより好ましい。

【0020】焼結体助剤は液相を形成し、焼結体の緻密化と表面の平滑化とを図るために必要であり、Mg、Ca、Sr、BaなどのIIa族元素およびY、希土類元素

などのIII a族元素から選択される少くとも1種の元素の化合物から成る。上記焼結助剤の添加量は、通常のAlN焼結体を形成する場合と比較してやや多量に配合される。すなわち窒化アルミニウム原料粉末と水酸化アルミニウム粉末との混合体100重量部に対して5~30重量部配合される。配合量が5重量部未満の場合には、液相の生成量が不十分となり緻密で表面が平滑な焼結体を得られない。一方、配合量が30重量部を超えると、熱抵抗が大きい液相凝固部の割合が多くなり、AlN焼結体本来の高熱伝導性が損われる。

【0021】上記製造方法に従い、窒化アルミニウム原料粉末に安価な水酸化アルミニウム粉末を5~70重量%と、上記焼結助剤とを配合して原料混合体とし、この原料混合体から形成した成形体を窒素雰囲気中で1500~1950℃で焼成することにより、全体が窒化アルミニウム粒子と液相凝固部とから成り、表面に光沢を有し表面粗さが R_{max} (JISの最大表面粗さ)基準で10 μ m以下の窒化アルミニウム焼結体が安価に製造できる。特に水酸化アルミニウム粉末の配合量を10~30重量%とし、焼結温度を1800~1900℃とした場合において、表面平滑性がさらに優れ、かつAlN原料粉末と水酸化アルミニウム粉末との混合による原価低減効果が良好なAlN焼結体を得られる。

【0022】上記AlN焼結体によれば、表面粗さが10 μ m- R_{max} 以下と平滑性に優れているため、表面に薄膜やメタライズ層を形成し易く、また基板材料として使用した場合に、放熱フィン等のヒートシンク(冷却手段)との密着性が優れ、接触抵抗を小さくできる。従って半導体素子の高出力化に対応した高放熱性を有する基板材料として利用できる。

【0023】また焼結体を構成するAlN多結晶体がC軸方向に配向しているため、マイクロ波誘電体として利用できる可能性がある。すなわちAlN焼結体に電気的な振動を与えた場合に、C軸方向に各多結晶体の固有振動数が揃い、所定波長のマイクロ波を放出する誘電体となる。

【0024】なお従来、上記のように結晶方位が一定の軸方向に配向した誘電体は、一般に化学的蒸着法(CVD法)を使用して長時間をかけて小規模で実験的に製造されていたが、本願発明によれば、上記のような製造方法に従って誘電体としてのAlN焼結体を効率的に量産することができる。

【0025】また本発明に係る複合基板は、焼結体の少なくとも1つの表面が光沢を有し、光沢を有する焼結体の表面がC軸に配向した窒化アルミニウム多結晶体から成り、光沢を有する表面をX線回折分析を行った場合に、窒化アルミニウム多結晶体の(002)面からの回折X線強度のピーク値が、(100)面からの回折X線強度のピーク値の2倍以上である窒化アルミニウム焼結体と、窒化ほう素基板とを直接接合したことを特徴とす

る。

【0026】さらに上記複合基板の製造方法は、窒化アルミニウム原料粉末に、水酸化アルミニウム粉末と、焼結助剤としてのIIa族元素およびIII a族元素から選択される少くとも1種の化合物とを配合し、得られた原料混合体を成形し、得られた成形体と窒化ほう素基板とを積層して積層体を形成し、得られた積層体を窒素雰囲気中において温度1500~1950℃で焼成することを特徴とする。

10 【0027】ここで上記AlN焼結体に一体に直接接合される窒化ほう素(BN)基板は、一般に六方晶窒化ほう素(h-BN)または立方晶窒化ほう素(c-BN)から成り、特にc-BNは高い熱伝導性を備えた基板材料である。またBN基板は誘電率が低いため、特に半導体素子の信号高速化に対応し得る絶縁基板として有効である。

【0028】上記複合基板およびその製造方法において、AlN成形体を製造するまでの工程および処理条件は、前記AlN焼結体の製造方法と同一である。すなわちAlN原料粉末に配合する水酸化アルミニウム粉末の配合量は5~70重量%であり、AlN原料粉末と水酸化アルミニウム粉末との混合体100重量部に対して添加する焼結助剤量は5~30重量部である。

【0029】そして前記水酸化アルミニウム粉末と焼結助剤とを含有するAlN成形体とBN基板との積層体を、窒素雰囲気中で温度1500~1950℃の範囲で焼成すると、発生した液相によってAlN成形体の焼結が進行すると同時に一部の液相が接合面を経てBN基板内に浸透し、接合面における両者の接合強度を高める結果、AlN焼結体とBN基板とが強固に接合したAlN-BN複合基板が形成される。

【0030】なお窒化アルミニウム原料粉末に対する水酸化アルミニウム粉末の配合量を10~20重量%に設定した原料混合体からAlN成形体を形成し、このAlN成形体とBN基板との積層体を1800~1900℃の焼結温度で焼成することにより、AlN焼結体とBN基板との接合強度が、より向上した複合基板が得られる。

【0031】上記のように製造された複合基板は、表面平滑性に優れたBN基板部を一体に有しているため、AlN焼結体とBN基板との複合効果およびBN基板特有の効果を発揮できる。すなわち、破壊靱性値は高いが強度は低いBN基板と、相対的に破壊靱性値は低い強度が高いAlN焼結体とを強固に一体に接合しているため、複合基板全体として両者の特性を補うことになり、適用できる用途を拡大することができる。

【0032】またBN基板上にはメタライズ層を形成しにくい難点があるが、複合基板のAlN焼結体側の平滑な表面上にはメタライズ層が形成し易く、容易に回路形成することが可能である。

【0033】さらにBN基板は本来的に表面平滑性が優れている一方、水酸化アルミニウムを配合し焼成して形成したAlN焼結体の表面平滑性も優れているため、ヒートシンクなどの放熱部品を密着させて取付けることが可能であり、高出力化に対応した高放熱性絶縁基板としても好適である。

【0034】またBN基板は誘電率が低い性質を有するため、特に信号の高速化に対応した絶縁基板としても有効である。

【0035】さらにBN焼結体の硬度が大きく耐摩耗特性に優れるとともに、滑りが良好であるため、上記複合基板のBN基板表面を摺動面とする摺動部材として利用することも可能である。

【0036】また六方晶形窒化ほう素(h-BN)基板の熱伝導率は60~70w/(m・k)程度であるが、立方晶形窒化ほう素(c-BN)基板の熱伝導率は1000~1500w/(m・k)と極めて大きいため、特に高い放熱特性を要求される場合には、c-BN基板を一体に接合した複合基板を使用することが望ましい。

【0037】

【作用】上記構成に係る窒化アルミニウム焼結体およびその製造方法によれば、焼成時に窒化アルミニウムとなる安価な水酸化アルミニウム粉末を高価な窒化アルミニウム原料粉末の代替原料として所定割合で使用しているため、原料コストを大幅に低減でき安価な窒化アルミニウム焼結体を提供することができる。

【0038】また、水酸化アルミニウム粉末を配合しているため、焼成中に窒化アルミニウムの溶融が進み、十分な液相が発生するため、焼結体表面の平滑化が促進され、表面平滑性に優れた窒化アルミニウム焼結体が得られる。従って窒化アルミニウム焼結体表面に薄膜やメタライズ層を形成することが容易であり、また基板材料として使用した場合に、ヒートシンクなどの部品として密着性が良好であり、放熱性に優れた基板材料として使用できる。

【0039】さらに上記構成に係る複合基板およびその製造方法によれば、水酸化アルミニウムと焼結助剤とを含有するAlN成形体とBN基板との積層体を窒素雰囲気中で焼成して形成されているため、焼成時に水酸化アルミニウム粉末がAlNに変換されて焼結が進行すると同時に、液相がBN基板内に浸透して接合面における両者の接合強度を高める結果、AlN焼結体とBN基板とが強固に接合した複合基板が得られる。

【0040】

【実施例】次に本発明の実施例について添付図面を参照

して、より具体的に説明する。

【0041】実施例1~5

平均粒径が1μmで純度が99.99%の水酸化アルミニウム粉末を、平均粒径が1μmの窒化アルミニウム原料粉末に対して、表1に示すように10~40重量%の範囲で配合してそれぞれ混合体を調製した。得られた各混合体100重量部に対して表1に示すような焼結助剤を所定量添加して原料混合体とし、さらにバインダーとしてのアクリル樹脂を3重量部添加し、トルエン-エタノールの混合溶剤を加えてボールミルにて24時間混合して各原料スラリーとした。

【0042】次に各原料スラリーをスプレードライヤーによって造粒し、得られた造粒粉を、一軸プレスを使用して1ton/cm²の成形圧力で成形し板状のAlN成形体を調製した。

【0043】次に得られた各AlN成形体を、窒素気流中にて温度700℃で脱脂した後に、窒素ガス雰囲気中にて表1に示す温度および時間の条件で焼成し、実施例1~5に係る窒化アルミニウム焼結体を調製した。

20 【0044】比較例1

一方、実施例1~5において使用した窒化アルミニウム原料粉末と水酸化アルミニウム粉末との混合体に代えて、窒化アルミニウム原料粉末を使用せずに水酸化アルミニウム粉末を100重量%とした点以外は、実施例3と同様な条件で、焼結助剤を添加し、原料混合、造粒、成形、脱脂、焼結処理を行って比較例1に係る窒化アルミニウム焼結体を調製した。

【0045】比較例2

30 一方、実施例1~5において使用した窒化アルミニウム原料粉末と水酸化アルミニウム粉末との混合体に代えて、水酸化アルミニウム粉末を使用せずに窒化アルミニウム粉末を100重量%とした点以外は、実施例3と同様な条件で、焼結助剤を添加し、原料混合、造粒、成形、脱脂、焼結処理を行って比較例2に係る窒化アルミニウム焼結体を調製した。

【0046】こうして調製した各実施例および比較例に係るAlN焼結体の特性を評価するため、各焼結体の表面についてX線回析分析を実施してAlN多結晶体の(002)面からの回析X線強度のピーク値と(100)面からの回析X線強度のピーク値とを測定して、両者の倍率を算出した。また、各焼結体の表面粗さを測定するとともに、レーザーフラッシュ法を使用して焼結体の熱伝導率を測定した。測定結果を下記表1に示す。

【0047】

【表1】

試料名	水酸化アルミニウム 配合量 (重量%)	焼結助剤		焼結条件		X線強度倍率 (002)/(100) (倍)	表面粗さ ($\mu\text{m-R}_{\text{max}}$)	熱伝導率 ($\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$)
		種類	配合量 (重量部)	温度 ($^{\circ}\text{C}$)	時間 (hr)			
実施例1	10	Y_2O_3 CaCO_3	3 2	1950	6	5	5	110
実施例2	16	Y_2O_3 CaCO_3	7 3	1950	6	20	7	92
実施例3	30	Y_2O_3 CaCO_3	20 9	1900	6	50	3	70
実施例4	35	Y_2O_3 CaCO_3	20 9	1900	6	45	4	58
実施例5	40	Y_2O_3 CaCO_3	20 9	1550	10	42	8	30
比較例1	100	Y_2O_3 CaCO_3	20 9	1900	6	—	20	1.2
比較例2	0	Y_2O_3 CaCO_3	20 9	1900	6	0.91	180	70

【0048】表1に示す結果から明らかなように、AlN原料粉末に所定量の水酸化アルミニウム粉末を配合して製造した各実施例に係るAlN焼結体においては、いずれも表面部分が光沢を有し、表面粗さが $2\sim 5\mu\text{m-R}_{\text{max}}$ であり、優れた表面平滑性を有していることが確認された。また熱伝導率も $50\sim 75\text{w}/(\text{m}\cdot\text{k})$ と高い値を示し、高放熱用基板材料として好適であることが判明した。

【0049】なお上記熱伝導率は、通常のAlN焼結体の熱伝導率($100\sim 200\text{w}/(\text{m}\cdot\text{k})$)と比較して低い値ではあるが、従来汎用の Al_2O_3 焼結体の熱伝導率(約 $20\text{w}/(\text{m}\cdot\text{k})$ 程度)や Si_3N_4 焼結体の熱伝導率($20\sim 30\text{w}/(\text{m}\cdot\text{k})$)と比較しても十分に優位性を有する値である。

【0050】一方比較例に係るAlN焼結体においては、表面粗さが増大することが判明した。

【0051】図1は実施例3に係るAlN焼結体表面のX線回析図形である。図1に示すようにC軸方向に配向したAlN多結晶体の強いピークおよびA軸方向に配向した六方晶形の酸化イットリウム($\text{h-Y}_2\text{O}_3$)のピークが検出されており、(002)方向のAlN多結晶体のピーク高さは(100)方向のピークの50倍近くに達しており、C軸配向したAlN多結晶体の割合が高くなっている。さらに焼結体の裏面について同様にX線回析分析を行ったところ、イットリアアルミネートの割合が大きい窒化アルミニウム組織となっていることが判明した。

【0052】一方、図2は比較例1に係るAlN焼結体表面のX線回析図形である。図2に示すように、三酸化*

*アルミニウムと、イットリアアルミネート、酸化イットリウム等の種々の液相凝固相からのピークが多数検出され、所定方向に配向した窒化アルミニウム多結晶体のピークは、確認できなかった。

【0053】図3は実施例3に係るAlN焼結体の表面の結晶組織を示す走査型電子顕微鏡(SEM)写真である。図3に示すように、粒径が $5\sim 20\mu\text{m}$ 程度のAlN多結晶粒子(灰色部)と多量の液相凝固部(黒色部)とが混在した結晶組織が形成されており、この多量の液相凝固部の存在により表面に緻密で光沢を有する平滑面が形成される。

【0054】このように本実施例に係るAlN焼結体によれば、水酸化アルミニウム粉末を窒化アルミニウム原料粉末に配合し、窒素ガス雰囲気中で焼成して形成されているため、安価で表面平滑性に優れたAlN焼結体を提供することができる。

【0055】次に上記水酸化アルミニウム粉末を配合して形成したAlN焼結体とBN基板とを一体に接合した複合基板の実施例について説明する。

【0056】実施例6～10

実施例1～5と同様に、平均粒径が $1\mu\text{m}$ で純度が99.99%の水酸化アルミニウム粉末を、平均粒径が $1\mu\text{m}$ の窒化アルミニウム原料粉末に対して、10～40重量%の範囲で配合してそれぞれ混合体を調製した。得られた各混合体100重量部に対して焼結助剤を所定量添加して原料混合体とし、さらにバインダーとしてのアクリル樹脂を3重量部添加し、トルエン・エタノールの混合溶剤を加えてボールミルにて24時間混合して各原料スラリーとした。

【0057】次に各原料スラリーをスプレードライヤーによって造粒し、得られた造粒粉を、一軸プレスを使用して1ton/cm²の成形圧力で成形し板状のAlN成形体を調製した。

【0058】次に得られた各AlN成形体を、空気気流中にて温度700℃で脱脂した後に、表面が平滑なh-BN基板上に載置して積層体とし、この積層体を窒素ガス雰囲気中にて実施例1〜5と同様な温度および時間の条件で焼成し、実施例6〜10に係るAlN-BN複合基板を調製した。

【0059】得られた各実施例に係るAlN-BN複合基板の接合強度を評価するために剥離試験を実施したところ剥離圧力はいずれも50〜100MPa程度であり、AlN焼結体とBN基板とは強固に接合していることが確認できた。

【0060】図4および図5はそれぞれ実施例8に係る複合基板接合部の結晶組織を示す走査型電子顕微鏡(SEM)写真(倍率500倍)および同接合部の粒子構造を示す光学顕微鏡写真(倍率25倍)である。図4に示すように、中央の接合界面において、上部のBN基板および下部のAlN焼結体の空隙部に液相凝固部がからみ合うように形成されており、これらのからみ合いによりBN基板とAlN焼結体との強固な接合が達成されている。

【0061】また図5からも明らかなように、下方のAlN焼結体側から上部のBN基板内に液相が浸透している様子が明確に観察できる。この液相浸透部が形成されることによって、相互の接合強度が高まるものと考えられる。

【0062】このように本実施例に係るAlN-BN複合基板によれば、水酸化アルミニウム粉末と焼結助剤とを窒化アルミニウム原料粉末に配合して形成したAlN成形体と平滑なBN基板との積層体を窒素雰囲気中で焼成して形成されているため、焼成時に水酸化アルミニウム粉末がAlNに変換されて焼結が進行すると同時に、液相がBN基板内に浸透して接合面における両者の接合強度を高めている。従ってAlN焼結体の特性とBN基

板の特性とを併有した複合基板を提供できる。

【0063】

【発明の効果】以上説明の通り、本発明に係る窒化アルミニウム焼結体およびその製造方法によれば、焼成時に窒化アルミニウムとなる安価な水酸化アルミニウム粉末を高価な窒化アルミニウム原料粉末の代替原料として所定割合で使用しているため、原料コストを大幅に低減でき安価な窒化アルミニウム焼結体を提供することができる。

10 【0064】また、水酸化アルミニウム粉末を配合しているため、焼成中に窒化アルミニウムの溶融が進み、十分な液相が発生するため、焼結体表面の平滑化が促進され、表面平滑性に優れた窒化アルミニウム焼結体が得られる。従って窒化アルミニウム焼結体表面に薄膜やメタライズ層を形成することが容易であり、また基板材料として使用した場合に、ヒートシンクなどの部品として密着性が良好であり、放熱性に優れた基板材料として使用できる。

20 【0065】さらに本発明に係る複合基板およびその製造方法によれば、水酸化アルミニウムと焼結助剤とを含有するAlN成形体とBN基板との積層体を窒素雰囲気中で焼成して形成されているため、焼成時に水酸化アルミニウム粉末がAlNに変換されて焼結が進行すると同時に、液相がBN基板内に浸透して接合面における両者の接合強度を高める結果、AlN焼結体とBN基板とが強固に接合した複合基板が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例3に係るAlN焼結体表面のX線回析図形。

30 【図2】比較例1に係るAlN焼結体表面のX線回析図形。

【図3】実施例3に係るAlN焼結体表面の結晶組織を示す電子顕微鏡写真。

【図4】実施例8に係る複合基板の接合部の結晶組織を示す電子顕微鏡写真。

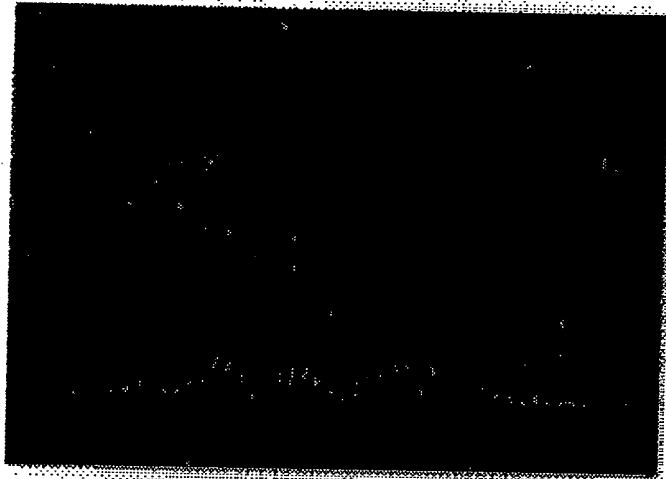
【図5】実施例8に係る複合基板の接合部の粒子構造を示す光学顕微鏡写真。

The XRD pattern shows the following peak data:

Phase	Plane	Approx. 2θ (度)
AlN	(002)	35
h-Y ₂ O ₃	(100)	28
AlN	(004)	76
AlN	(006)	135

【図3】

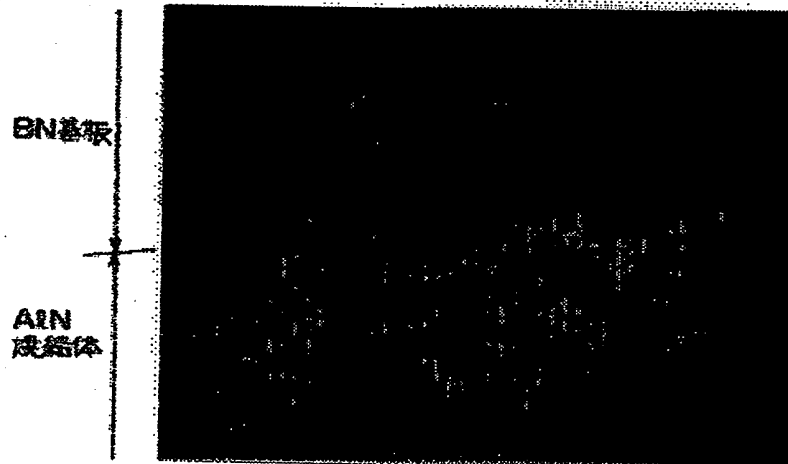
図面代用写真



写真

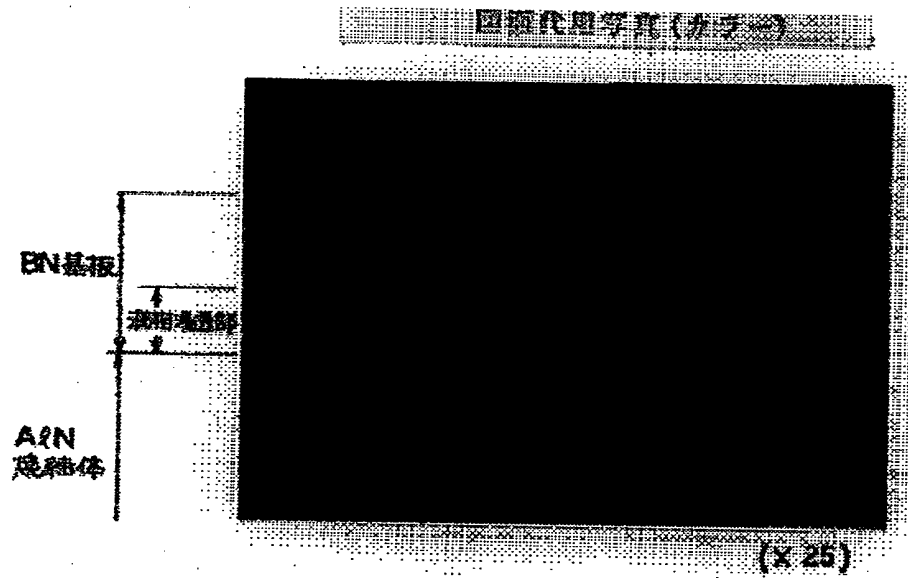
【図4】

図面代用写真



(X500)

【図5】



写 真